

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

20.5.2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2003年 5月20日

REC'D 08 JUL 2004

出願番号  
Application Number: 特願2003-180292

WIPO PCT

[ST. 10/C]: [JP2003-180292]

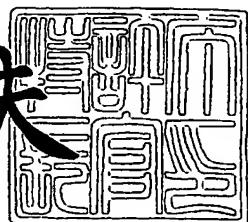
出願人  
Applicant(s): 独立行政法人物質・材料研究機構

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 6月21日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



Best Available Copy

出証番号 出証特2004-3055075

【書類名】 特許願  
【整理番号】 03-MS-21  
【提出日】 平成15年 5月20日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【国際特許分類】 B21B 1/00  
【発明の名称】 温間制御圧延方法  
【請求項の数】 13  
【発明者】  
【住所又は居所】 茨城県つくば市千現一丁目2番1号 独立行政法人物質  
・材料研究機構内  
【氏名】 鳥塚 史郎  
【発明者】  
【住所又は居所】 茨城県つくば市千現一丁目2番1号 独立行政法人物質  
・材料研究機構内  
【氏名】 長井 寿  
【特許出願人】  
【識別番号】 301023238  
【氏名又は名称】 独立行政法人物質・材料研究機構  
【代表者】 岸 輝雄  
【提出物件の目録】  
【物件名】 明細書 1  
【物件名】 図面 1  
【物件名】 要約書 1

【書類名】 明細書

【発明の名称】 温間制御圧延方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均フェライト粒径が $3 \mu\text{m}$ 以下の微細フェライト粒組織を主体とする鋼を製造するための圧延方法であって、次式(1)

【数1】

$$Z = \log \left[ \frac{\epsilon}{t} \exp \left( \frac{Q}{8.31(T + 273)} \right) \right] \quad (1)$$

 $\epsilon$ ：ひずみ $t$ ：圧延開始から終了までの時間 (s) $T$ ：圧延温度 (°C, 多パス圧延の場合は各パスの圧延温度を平均したもの)

$Q$ ：圧延直前の組織がフェライト、ベイナイト、マルテンサイト、パーライトを母相とする場合は254000。オーステナイトを母相とする場合は300000を用いる。

表される圧延条件パラメータ $Z$ が11以上(圧延直前の組織がフェライト、ベイナイト、マルテンサイト、パーライトなどFeの結晶構造が $b\bar{c}\bar{c}$ である場合)あるいは20以上(圧延直前の組織がオーステナイトでFeの結晶構造が $f\bar{c}\bar{c}$ である場合)に従う範囲で、圧延温度範囲が350°C-800°Cの温度域で、圧延を行う1パス以上の圧延において、各圧延時の圧延開始時の材料温度が、最高温度で800°Cより高くならず、圧延中および最終パス直後(1秒以内)の素材温度が350°C以下にならないように圧延を行うとともに、各圧延時の圧延直後(1秒以内)の温度 $T_{x-out}$ が圧延入温度 $T_{x-in}$ よりも100°Cより高くならず、圧延直後(1秒以内)の素材が、圧延直前温度よりも100°Cより低くならないように圧延を行うことを特徴とする温間制御圧延方法。

【請求項2】 各圧延時の圧延直後の温度 $T_{x-out}$ が圧延入温度 $T_{x-in}$ よりも50°Cより高くならないように圧延することを特徴とする請求項1の温間制御圧延方法。

【請求項3】 圧延温度範囲が350°C-800°Cの温度域で、圧延を行う連続する2パス以上の圧延において、圧延開始時の材料温度に対し、2パス直後

の素材温度が100℃より高くならず、100℃より低くならないように圧延を行うことを特徴とする請求項1の温間制御圧延方法。

【請求項4】 圧延開始時の材料温度に対し、2バス直後の素材温度が50℃より高くならないように圧延を行うことを特徴とする請求項3の温間制御圧延方法。

【請求項5】 圧延温度範囲が400℃-500℃の温度域で圧延を行うことを特徴とする請求項1ないし4のいずれかの温間制御圧延方法。

【請求項6】 Zが12以上であって、平均フェライト粒径 $1\mu\text{m}$ 以下の組織を主体とする鋼を製造することを特徴とする請求項1ないし5のいずれかの温間制御圧延方法。

【請求項7】 連続して行う多バス圧延において、Xバス目直後の圧延温度 $T_{x-out}$ が圧延設定温度 $T_s$ よりも高くなった場合、X+1バス目の圧延入り温度 $T_{x+1-in}$ が $T_s + 20 \geq T_{x+1-in}$ になるまで待ってから圧延を行うことを特徴とする請求項1ないし6のいずれかの温間制御圧延方法。

【請求項8】 多バス圧延のXバス目の加工発熱 $T_{x-H}$ をあらかじめ測定し、圧延設定温度を $T_{XS}$ としたとき、圧延入り温度 $T_{x-in}$ を $T_{xs} \geq T_{x-in} \geq T_{xs} - T_{x-H}$ とすることを特徴とする請求項1ないし7のいずれかの温間制御圧延方法。

【請求項9】 連続圧延における全減面率が50%以上であることを特徴とする請求項1ないし8のいずれかの温間制御圧延方法。

【請求項10】 塑性ひずみ、または減面率を真ひずみに換算したひずみが1.5以上であることを特徴とする請求項1ないし9のいずれかの温間制御圧延方法。

【請求項11】 多方向加工によってひずみを導入することを特徴とする請求項1ないし10のいずれかの温間制御圧延方法。

【請求項12】 圧延速度と各バス圧下率を設定することにより、圧延前後の温度範囲を制御することを特徴とする請求項1ないし11のいずれかの温間制御圧延方法。

【請求項13】 連続圧延において、素材の温度低下を補うために、圧延の

途中で再加熱工程を設け、また、素材の温度上昇を押さえるために、圧延の途中に冷却工程を設けることを特徴とする請求項1ないし12のいずれかの温間制御圧延方法。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

###### 【発明の属する技術分野】

この出願の発明は、温間制御圧延方法に関するものである。さらに詳しくは、この出願の発明は、粒径  $3 \mu m$  以下の超微細結晶粒組織を有する強度・延性に優れた超微細粒鋼材の製造方法に関するものである。

##### 【0002】

###### 【従来の技術】

超微細粒鋼は、合金元素を添加せずに、強度を著しく上昇させることのでき、同時に、延性・脆性遷移温度も著しく低下させることができると考えられることから、この出願の発明者らは、工業的にこの超微細粒鋼を実現するための方策を検討してきており、すでにこれまでにも、温間多パス圧延方法（文献1）や多方向加工方法（文献2）を発明してきた。

##### 【0003】

一方、過去、微細組織鋼の製造方法はいくつも提案されてきているが、結晶粒径を定量的に制御可能とする方法は知られていない。

##### 【0004】

たとえば、藤岡ら（文献3）は、C: 0.03~0.45 wt%、Si: 0.01~0.50%、Mn: 0.02~5.0%、Al: 0.001~0.1%を含有し、残部がFeおよび不可避的不純物からなる鋼片を1パスまたはパス間時間を20秒以内の連続する2パス以上の加工を500~700°Cの温度、かつ歪速度0.1~2.0/sとし、総歪量を0.8~5.0となるように加工し放冷する高張力鋼の製造方法を提案している。

##### 【0005】

また、重量%で、C: 0.03~0.9、Si: 0.01~1.0、Mn: 0.01~5.0、Al: 0.001~0.5、N: 0.001~0.1を含有し

、さらにNb:0.003~0.5、Ti:0.003~0.5の1種以上を含有し、残部がFeおよび不可避的不純物からなり、かつ、C+(12/14)N  $\geq$  (12+48)Ti (12/48)Nb+0.03を満たす鋼片を鋳造ままもしくは加熱後、圧延するかもしくは圧延することなくそのまま一度500℃~室温まで冷却した後に、再び加熱し、700~550℃で熱間圧延を行うに際して、1パスの圧下率を20%以上として1パスまたはパス間時間を10秒以内とした連続する2パス以上の加工を歪速度を1~200秒、総歪量を0.8~5となる条件で行った後、放冷する、結晶粒の微細な高張力鋼の製造方法も提案している（文献4）。

#### 【0006】

しかしながら、この2つのいずれの方法も粒径の制御方法を教示していない。またこれらの方法では、パス間時間に制限があり、ひずみ速度にも制限があり工業的な適用は困難であると考えられる。

#### 【0007】

このような状況において、発明者らはさらに検討を進め、微細粒組織を形成するためには、多パス圧延における累積ひずみ、加工温度、また、ひずみ速度、パス間時間は個々制御するのではなく、総合的に制御する必要があるとの知見を得た、そして、粒径は、次式（1）で表わされる加工温度とひずみ速度のパラメータZに依存し、1パス圧延実験を通じて、Zと粒径の関係を明らかにすることで粒径の新しい制御方法を提案した（先願1）。

#### 【0008】

##### 【数2】

$$Z = \log \left[ \frac{\epsilon}{t} \exp \left( \frac{Q}{8.31(T+273)} \right) \right] \quad (1)$$

$\epsilon$ ：ひずみ

t：圧延開始から終了までの時間 (s)

T：圧延温度 (℃, 多パス圧延の場合は各パスの圧延温度を平均したもの)

Q：圧延直前の組織がフェライト、ペイナイト、マルテンサイト、パーライトを母相とする場合は254000。オーステナイトを母相とする場合は3

00000を用いる。

### 【0009】

この方法において、結晶粒径1ミクロン以下の超微細フェライト粒鋼を製造するためには、前記の(1)式で表される圧延条件パラメータ $Z$ が11以上(圧延直前の組織がフェライト、ベイナイト、マルテンサイト、パーライトなど鉄の結晶構造が $bcc$ である場合)であること、また、ひずみ速度については、全ひずみ $\epsilon$ を圧延開始から終了までに時間 $t$ で除した値と定義できることを見出し、その結果、ひずみ $\epsilon = 3.0$ 、総圧延時間 $t = 300\text{ s}$ の条件下、すなわち、ひずみ速度 $= 0.01/\text{s}$ でも1ミクロン以下の超微細な結晶粒が得られることをこの新しい提案された方法は、広範囲の適用が可能である。

### 【0010】

この方法によれば、パス間時間やひずみ速度の制限もなく、粒径の制御が可能になる。

### 【0011】

だが、他方で、この出願の発明者らのその後の検討において、現実の圧延は連続多パスであり、前記のパラメータ $Z$ が11以上で行う場合、圧延温度が温間加工温度域( $350-800^\circ\text{C}$ )にあたり、その場合、鋼の変形抵抗が大きく、素材の加工発熱は大きいことから、連続圧延中に、材料温度が数百度上昇してしまうことがあり、結果的に $Z < 11$ となってしまい、1ミクロン微細粒組織は形成できない場合があることが明らかになってきた。

### 【0012】

したがって、このような連続多パス圧延においても、粒径を安定して制御できる方法を開発することが強く望まれていた。

### 【0013】

#### 【文献】

- 1：特開2000-309850
- 2：特開2001-240912
- 3：特開平9-279233
- 4：特開平2000-104115

## 【0014】

## 【先願】

1：特願2002-54670

## 【0015】

## 【発明が解決しようとする課題】

この出願の発明は、上記のとおりの背景からなされたものであって、発明者らの提案に係わる前記のとおりの乙パラメータによる制御を行う新しい方法を連続圧延プロセスに適用することができ、バス間時間やひずみ速度の制限もなく、3ミクロンから1ミクロン以下の超微細結晶鋼を安定的に製造できる方法として、加工発熱を考慮した、新しい制御圧延方法を提供することを課題としている。

## 【0016】

## 【課題を解決するための手段】

この出願の発明は、上記の課題を解決するものとして、第1には、平均フェライト粒径が $3 \mu m$ 以下の微細フェライト粒組織を主体とする鋼を製造するための圧延方法であって、次式(1)

## 【0017】

## 【数3】

$$Z = \log \left[ \frac{\epsilon}{t} \exp \left( \frac{Q}{8.31(T + 273)} \right) \right] \quad (1)$$

 $\epsilon$ ：ひずみ

t：圧延開始から終了までの時間 (s)

T：圧延温度 (°C, 多バス圧延の場合は各バスの圧延温度を平均したもの)

Q：圧延直前の組織がフェライト、ベイナイト、マルテンサイト、パーライトを母相とする場合は254000。オーステナイトを母相とする場合は300000を用いる。

## 【0018】

表される圧延条件パラメータ乙が11以上（圧延直前の組織がフェライト、ベイナイト、マルテンサイト、パーライトなどF eの結晶構造がb c cである場合）あるいは20以上（圧延直前の組織がオーステナイトでF eの結晶構造がf c c

である場合)に従う範囲で、圧延温度範囲が350°C-800°Cの温度域で、圧延を行う1パス以上の圧延において、各圧延時の圧延開始時の材料温度が、最高温度で800°Cより高くならず、圧延中および最終パス直後(1秒以内)の素材温度が350°C以下にならないように圧延を行うとともに、各圧延時の圧延直後(1秒以内)の温度 $T_{x-out}$ が圧延入温度 $T_{x-in}$ よりも100°Cより高くならず、圧延直後(1秒以内)の素材が、圧延直前温度よりも100°Cより低くならないように圧延を行うことを特徴とする温間制御圧延方法を提供する。

#### 【0019】

ここで、式(1)で用いられているひずみは、工業的に簡便なひずみである真ひずみ $e$ でよい。たとえば、棒鋼の初期面積を $S_0$ 、圧延後のC断面面積を $S$ とすると、減面率 $R$ は

$$R = (S_0 - S) / S_0 \quad (2)$$

で表される。すると、真ひずみ $e$

$$e = -L_n (1 - R)$$

で表される。また、真ひずみに代わり、有限要素法計算で得られる塑性ひずみを用いてもよい。塑性ひずみの計算については、参考文献(井上ら、鉄と鋼、68(2000)79春海佳三郎、他「有限要素法入門」(共立出版(株)：1990年3月15日)に詳しい。

#### 【0020】

圧延時間 $t$ はパス間時間を含めた総圧延時間でよい。

#### 【0021】

また、第2には、各圧延時の圧延直後の温度 $T_{x-out}$ が圧延入温度 $T_{x-in}$ よりも50°Cより高くならないように圧延することを特徴とする前記の温間制御圧延方法を提供する。

#### 【0022】

この出願の発明は、第3には、圧延温度範囲が350°C-800°Cの温度域で、圧延を行う連続する2パス以上の圧延において、圧延開始時の材料温度に対し、2パス直後の素材温度が100°Cより高くならず、100°Cより低くならないように圧延を行うことを特徴とする前記の温間制御圧延方法を提供し、第4には

、圧延開始時の材料温度に対し、2パス直後の素材温度が50℃より高くならないように圧延を行うことを特徴とする温間制御圧延方法を提供する。

### 【0023】

そして、この出願の発明は、第5には、圧延温度範囲が400℃-500℃の温度域で圧延を行うことを特徴とする温間制御圧延方法を、第6には、 $Z \geq 12$ 以上であって、平均フェライト粒径 $1 \mu m$ 以下の組織を主体とする鋼を製造することを特徴とする温間制御圧延方法を、第7には、連続して行う多パス圧延において、Xパス目直後の圧延温度 $T_{x-out}$ が圧延設定温度 $T_s$ よりも高くなつた場合、X+1パス目の圧延入り温度 $T_{x+1-in}$ が $T_s + 20 \geq T_{x+1-in}$ になるまで待つから圧延を行うことを特徴とする温間制御圧延方法を、第8には、多パス圧延のXパス目の加工発熱 $T_{xH}$ をあらかじめ測定し、圧延設定温度を $T_{xs}$ としたとき、圧延入り温度 $T_{x-in}$ を $T_{xs} \geq T_{x-in} \geq T_{xs} - T_{xH}$ とすることを特徴とする温間制御圧延方法を提供する。

### 【0024】

さらにこの出願の発明は、第9には、連続圧延における全減面率が50%以上であることを特徴とする温間制御圧延方法を提供し、第10には、塑性ひずみ、または減面率を真ひずみに換算したひずみが1.5以上であることを特徴とする温間制御圧延方法を、第11には、多方向加工によってひずみを導入することを特徴とする温間制御圧延方法を、第12には、圧延速度と各パス圧下率を設定することにより、圧延前後の温度範囲を制御することを特徴とする温間制御圧延方法を、第13には、連続圧延において、素材の温度低下を補うために、圧延の途中で再加熱工程を設け、また、素材の温度上昇を押さえるために、圧延の途中に冷却工程を設けることを特徴とする温間制御圧延方法を提供する。

この出願の発明においては、以上の構成によって、発明者らの提案に係わる前記のとおりのZパラメータによる制御とする新しい方法を連続圧延プロセスに適用することができ、パス間時間やひずみ速度の制限もなく、3ミクロンから1ミクロン以下の超微細結晶鋼を安定的に製造できる方法として、加工発熱を考慮した、新しい制御圧延方法を実現している。

### 【0025】

この出願の発明は上記のとおりの特徴をもつものであるが、以下にその実施の形態について説明する。

### 【0026】

この出願の発明の方法においては、平均フェライト粒径が $3 \mu\text{m}$ 以下の微細フェライト粒組織を主体とする、すなわち、断面の表面積でその60%以上の割合が平均フェライト粒径が $3 \mu\text{m}$ 以下の微細粒組織を有する鋼を製造するために

、  
 <A>前記の式(1)

で表される圧延条件パラメータ $Z$ が11以上(圧延直前の組織がフェライト、ペイナイト、マルテンサイト、パーライトなど鉄の結晶構造が $\text{b}\text{c}\text{c}$ である場合)あるいは20以上(圧延直前の組織がオーステナイトで $\text{F}\text{e}$ の結晶構造が $\text{f}\text{c}\text{c}$ である場合)に従う範囲で、

<B>圧延温度範囲が $350^\circ\text{C} - 800^\circ\text{C}$ の温度域で、圧延を行う1パス以上の圧延において、各圧延時の圧延開始時の材料温度が、最高温度で $800^\circ\text{C}$ より高くならず、圧延中および最終パス直後の素材温度が $350^\circ\text{C}$ 以下にならないように圧延を行うとともに、各圧延時の圧延直後(1秒以内)の温度 $T_{x-out}$ が圧延入温度 $T_{x-in}$ よりも $100^\circ\text{C}$ より高くならず、圧延直後の素材が、圧延直前温度よりも $100^\circ\text{C}$ より低くならないように圧延を行うことを基本としている。

### 【0027】

発明者らのこれまでの検討によって、式(1)のパラメータ $Z$ は、簡便に平均粒径の超微細な結晶組織を得るための指標となるものであって、すでに特願2002-54670号の出願として提案しているものである。発明者らのこれまでの研究により、温間強加工によって形成される超微細粒の平均粒径は、加工温度と歪速度に依存することが明らかになり、結晶粒径は、加工温度と歪速度の関数である圧延条件パラメータ $Z$ の増加とともに微細化する。平均粒径 $1 \mu\text{m}$ 以下の組織を得るには、圧延条件パラメータ $Z$ をある臨界値以上にする必要がある。小型試料を用いた1パス大歪圧縮加工による実験の結果、その臨界値は $\text{b}\text{c}\text{c}$ 構造の鉄(フェライト、ペイナイト、マルテンサイト、パーライト等)の場合は

およそ11、f c c構造（オーステナイト）の場合はおよそ20になることが確認されている（図1）。

### 【0028】

ここで、式（1）で用いられているひずみは、工業的に簡便なひずみである真ひずみ $e$ でよい。たとえば、棒鋼の初期面積を $S_0$ 、圧延後のC断面面積を $S$ とすると、減面率 $R$ は

$$R = (S_0 - S) / S_0 \quad (2)$$

で表される。すると、真ひずみ $e$

$$e = -L n (1 - R)$$

で表される。また、真ひずみに代わり、有限要素法計算で得られる塑性ひずみを用いてもよい。塑性ひずみの計算については、参考文献（井上ら、鉄と鋼、68（2000）793. 春海佳三郎、他「有限要素法入門」（共立出版（株）：1990年3月15日）に詳しい。

### 【0029】

より具体的には、塑性ひずみの計算は、次の表1のフローによって行うことができる。

### 【0030】

#### 【表1】

##### 塑性ひずみ計算のフロー

- 1 材料の加工温度に対応した応力ひずみ曲線を取得
- 2 有限要素法計算のため準備
  - (1) 被加工物にメッシュを作成する
  - (2) 接触条件を決める 摩擦係数=0.3 クーロン条件
  - (3) 応力ひずみ曲線、材料物性値を決める
- 3 (1) - (3) の条件をもとに汎用有限要素法コード、例えば、ABAQUSで計算を行う。  
塑性ひずみ $e$ は以下の式で表され、各ひずみ増分は、汎用有限要素法コードによって計算される。

$$\varepsilon = \frac{2}{3} \sqrt{\left[ \frac{1}{2} \{ (d\varepsilon_x - d\varepsilon_y)^2 + (d\varepsilon_y - d\varepsilon_z)^2 + (d\varepsilon_z - d\varepsilon_x)^2 \} + \frac{3}{4} (d\gamma_{xy}^2 + d\gamma_{yz}^2 + d\gamma_{zx}^2) \right]}$$

$d\varepsilon_x \quad d\varepsilon_y \quad d\varepsilon_z$  : x,y,z のひずみ増分

$d\gamma_{xy} \quad d\gamma_{yz} \quad d\gamma_{zx}$  :せん断ひずみ増分

### 【0031】

この出願の発明の温間制御圧延方法では、以上のことから、前記<A>のとお

り、パラメータ $Z$ が11以上（bcc構造）または20以上（fcc構造となる）ように圧延の条件が設定される。

#### 【0032】

そして、さらに重要なことは、この出願の発明の温間制御圧延方法においては、前記＜B＞のとおりの特徴のある温度コントロールが行われることである。

#### 【0033】

温間加工により大きな歪を導入することによって生じたミクロな局所方位差が超微細結晶粒の起源となり、加工中あるいは加工後に起きる回復過程において、粒内の転位密度が低下すると同時に結晶粒界が形作られて超微細粒組織が形成される。温度が低いと回復が十分でないため、転位密度の高い加工組織が残存する。温度が高すぎると不連続再結晶あるいは通常の粒成長により結晶粒が粗大化して3 $\mu$ m以下の超微細粒組織は得られない。それゆえに、この出願の発明では、圧延温度は350℃～800℃に限定される。

#### 【0034】

そして、各圧延時の圧延直後（1秒以内）の温度 $T_{x-out}$ が圧延入温度 $T_{x-in}$ よりも100℃より高くならず、圧延直後の素材が、圧延直前温度よりも100℃より低くならないように圧延を行う。

#### 【0035】

この温度コントロールもこの出願の発明において必須である。実際、このようなコントロールが行われない場合には、仮にパラメータ $Z$ が前記範囲のものであっても、粒径3 $\mu$ m以下で、所定の結晶粒径に制御することが難しくなる。

#### 【0036】

$T_{x-out}$ は、 $T_{x-in}$ よりも100℃より高くならないようにするが、この場合、より望ましくは50℃より高くならないようにする。さらにまた圧延を行う連続する2パス以上の圧延において、圧延開始時の材料温度に対し、2パス直後の素材温度が100℃より、望ましくは50℃より高くならず、100℃より低くならないように圧延を行うことも好適に考慮される。

#### 【0037】

平均フェライト粒径が1 $\mu$ m以下の超微細粒の組織を得る場合には、前記＜A

>についてパラメータZが12以上であって、前記<B>について400～500℃の範囲とすることが望ましく考慮される。

#### 【0038】

そしてまたこの出願の発明では、前記のとおり、連続して行う多パス圧延においては、 $x$ パス回直後の圧延温度 $T_{x-out}$ が圧延設定温度 $T_s$ よりも高くなつた場合には、 $x+1$ パス目の圧延入り温度 $T_{x+1-in}$ が、 $T_s + 20 \geq T_{x+1-in}$ になるまで待つてから圧延を行うことや、 $x$ パス目の加工発熱 $T_{xH}$ をあらかじめ測定し、圧延設定温度を $T_{xs}$ としたとき、圧延入り温度 $T_{xs} \geq T_{x-in} \geq T_{xs} - T_{xH}$ とすることも望ましい。

#### 【0039】

温度コントロールには、以上のように、温度の変化を待つてもよいし、あるいは、連続圧延においては、素材の温度低下を補うために、圧延の途中で再加熱すること、そして素材の温度上昇を抑えるために、圧延の途中で強制冷却するようにもよい。

#### 【0040】

なお、この出願の発明における温度については、素材の表面温度を示している。

#### 【0041】

この出願の発明においては、総累積圧下歪については、温間加工により扁平化した加工粒から超微細結晶粒が生成し、歪の増加にともなつてそれが増加するが、ほぼ全体が超微細結晶粒からなる組織を得るには、少なくとも1.5の歪とすること、さらには2以上の歪とすることが望ましい。

#### 【0042】

この場合の歪は、塑性ひずみか減面率を真ひずみ換算した値であつてよい。圧延のための手段は、ロール等の各種のものであつてよく、上記のような棒鋼の場合には、溝ロールによる圧延が行われてよい。

#### 【0043】

この出願の発明においては、相変態による高強度化の機構を全く利用せず、強度を高めるための合金元素の添加を必要としないために鋼の組成が制限されるこ

とがなく、たとえば、フェライト単相鋼や、オーステナイト単相鋼等のような相変態の存在しない鋼種等の、広い成分範囲の鋼材を用いることができる。より具体的には、たとえば、組成が、重量%で、

C : 0.001%以上 1.2%以下、

Si : 0.1%以上 2%以下、

Mn : 0.1%以上 3%以下、

P : 0.2%以下、

S : 0.2%以下、

Al : 1.0%以下、

N : 0.02%以下、

Cr, Mo, Cu, Ni が合計で 30%以下、

Nb, Ti, V が合計で 0.5%以下、

B : 0.01%以下、

残部 Fe および不可避的不純物といった、合金元素が添加されていない組成のものを 1 つの例として示すことができる。もちろん、上記の Cr, Mo, Cu, Ni, Nb, Ti, V, B 等の合金元素は、必要に応じて上記の範囲を超えて添加することも可能であるし、逆に全く含まれていなくてもよい。

#### 【0044】

そこで以下に実施例を示し、さらに詳しく説明する。もちろん、以下の例によって発明が限定されることはない。

#### 【0045】

##### 【実施例】

表 2 は以下の例における素材の化学組成 (残部 Fe) を示したものである。

#### 【0046】

また、以下の例では冷却は空冷である。

#### 【0047】

##### 【表2】

鋼種	(mass %)						
	C	Si	Mn	P	S	N	s-Al
a	0.15	0.3	1.5	0.01	0.001	0.001	0.03
b	0.10	0.3	1.5	0.01	0.001	0.001	0.03
c	0.05	0.3	1.5	0.01	0.001	0.001	0.03

## 【0048】

そして、以下に示す表3～6において、パスNo.の右欄が空白になっている箇所は、いわゆる「とも通し」をしていること、つまり同じ孔型を2回押し通していることを示し、このため、減面率は2パス目に記載されている。

## 【0049】

また、パラメータZについては、ひずみが一定以上加わったところで計算しないと意味がないので、最後部のパスで計算している。t=総時間、T=出の平均温度、 $\epsilon$ =総ひずみである。

## &lt;実施例1&gt;

表2aに示す組成を有する80×80×600mmの素材を加熱温度500℃に加熱し、圧延設定温度T1(499℃)で孔型圧延を行い、断面が24×24mmになるまで、減面率で91%（真ひずみ2.4）の21パスの圧延を行った。総圧延時間を600sかかるとしたときの設定Z値は15.0であった。図1からフェライト粒径は0.4ミクロンと予想される。

各パスの孔型形状を図2に、圧下率、前後の温度変化を表3示す。偶数パス後の圧延直後温度（出温度）Tx-outを測定し、出温度が500℃を上回った場合は、直ちに次パスの圧延を行い、500℃を越えた場合は、材料温度が499℃以下になるまで待って、次パス（奇数パス）の圧延を行った。奇数パスの入り温度は特に制御していない。その結果、入り温度Tx-inは455-499℃（平均495℃）、出温度Tx-outで472-543℃（平均520℃）で圧延が行われた。したがって、連続する2パスの圧延における最大加工発熱で40℃あったものの、圧延待ちを行うことによって、圧延設定温度である499℃を全圧延工程で550℃上回ることはなかった。すなわち、各パスごとに加工発熱が生じたが、設定温度を500℃を上回ることはない。総圧延時間895sと、平均出温度でZ値を再計算してみると、Z=14.2であった。計算フェライト粒径は、0.45ミクロンである。

## 【0050】

得られた棒鋼のC断面組織写真を図3に示す。超微細な等軸フェライト+セメントタイト組織となっている。平均フェライト粒径は0.6ミクロンであった。その力学的性質を表7に示すが、788 MPaの優れた引張強さを持った棒鋼が得られた。

## 【0051】

## 【表3】

パスNo.	渡面率 (%)	総減面率 (%)	総ひずみ (s)	入り温度Tx-in (°C)	出温度Tx-out (°C)	孔型	Z値
1	2.5	2.5	0.03	0	455	#1	
2	2.5	2.5	0.03	27	472	#1	
3				5	495	#2	
4	21.5	23.4	0.27	19	495	#2	
5	21.6	39.9	0.51	7	530	#3	
6				132	待ち	#3	
7				8	499	#3	
8	18.4	51.0	0.71	92	待ち	#4	
9				5	499	#4	
10	20.3	60.9	0.94	115	待ち	#5	
11				5	499	#5	
12	19.0	68.4	1.15	103	待ち	#6	
13	17.0	73.7	1.34	5	499	#6	
14	18.6	78.6	1.54	72	待ち	#7	
15	15.6	81.9	1.71	10	499	#8	
16	16.9	85.0	1.90	90	待ち	#9	
17	12.5	86.9	2.03	11	499	#10	
18	6.8	87.8	2.10	88	待ち	#11	
19	13.8	89.4	2.25	9	496	#12	
20				49	待ち	#13	
21	14.8	91.0	2.41	7	498	#14	
					501	#14	14.2
22	38.0	94.9	2.98	123	待ち	#15	
23	18.0	94.9	2.98	130	待ち	#16	14.1

【0052】

## &lt;実施例2&gt;

実施例1に引き続き、さらに、2パスの圧延を行い、17×17mmにした。孔型形状はオーバルと角型である。ともに変形が大きいので、あらかじめ予備実験によって、加工発熱を計測した。その結果、2パスを連続でおこなうと、80°C材料温度が上昇することがわかった。したがって、22、23パスの入り温度T22-in、T23-inを450°Cに設定した。21パス目の温度が501

℃であったから、450℃まで材料温度が下がることをまって22パス目の圧延を行った。23パスの出温度は514℃であった。また、23パスでは464℃まで下がってから圧延を行い、出温度は537℃であった（表2）。総圧延時間1112s、平均出温度521℃で、Z=14.1であった。

### 【0053】

得られた組織写真を図4に示す。超微細な等軸フェライト+セメンタイト組織となっている。平均フェライト粒径は0.5ミクロンであった。その力学的性質を表7に示すが、830MPaの優れた引張強さを持った棒鋼が得られた。

#### ＜実施例3＞

表2bに示す組成を有する80×80×600mmの素材を加熱温度900℃に加熱し、組織を一度オーステナイト化下後、圧延設定温度T1（550℃）まで材料温度を下げ、組織をフェライト+パーライトにして、孔型圧延を行い、断面が24×24mmになるまで、減面率で91%（真ひずみ2.4）の21パスの圧延を行った。総圧延時間を600sかるとしたときの設定Z値は13.7であった。図1からフェライト粒径は0.6ミクロンと予想された。

### 【0054】

各パスの孔型形状、圧下率、前後の温度変化を表4示す。偶数パス後の圧延直後温度（出温度）Tx-outを測定し、出温度が550℃を下回った場合は、直ちに次パスの圧延を行い、550℃を越えた場合は、材料温度が570℃以下になるまで待って、次パス（奇数パス）の圧延を行った。奇数パスの入り温度は特に制御していない。その結果、入り温度Tx-inは440-557℃（平均551℃）、出温度Tx-outで536-573℃（平均551℃）で圧延が行われた。したがって、連続する2パスの圧延における最大加工発熱で23℃あったものの、圧延待ちを行うことによって、圧延設定温度である550℃を全圧延工程で600℃を越えることはなかった。すなわち、各パスごとに加工発熱が生じるが、設定温度を50℃を上回ることはない。総圧延時間582sと、平均出温度でZ値を再計算してみると、Z=13.5であった。

### 【0055】

得られた組織写真を図5に示す。超微細な等軸フェライト+セメンタイト組織

となっている。平均フェライト粒径は0.9ミクロンであった。その力学的性質を表7に示すが、702 MPaの優れた引張強さを持った棒鋼が得られた。

## 【0056】

【表4】

パスNo.	成形率 (%)	総減面率 (%)	総ひずみ (s)	圧延時間 (スパン時間)	圧延待ち 待ち	入り温度 (°C)	出温度 (°C)	孔型 #1	孔型 #2	孔型 #3	孔型 #4	孔型 #5	孔型 #6	孔型 #7
1	2.5	2.5	0.03	0		550								
2				6			548							
3	21.5	23.4	0.27	27		545								
4				11			573							
5	21.6	39.9	0.51	66	待ち	550								
6				4				573						
7	18.4	51.0	0.71	68	待ち	557								
8				11			571							
9	20.3	60.9	0.94	61	待ち	556								
10				17			573							
11	19.0	68.4	1.15	59	待ち	557								
12	17.0	73.7	1.34	18			561							
13	18.6	78.6	1.54	56	待ち	552								
14	15.6	81.9	1.71	20			567							
15	16.9	85.0	1.90	25	待ち	553								
16	12.5	86.9	2.03	15			567							
17	6.8	87.8	2.10	57	待ち	550								
18	13.8	89.4	2.25	25			545							
19				22			540							
20	14.8	91.0	2.41	14			536							
21	38.0			65	待ち	500	568							
22	18.0	94.9	2.98	15		550	599							
								13.5						

## 【0057】

## &lt;実施例4&gt;

実施例2に引き続き、さらに、2パスの圧延を行い、17×17mmにした。

孔型形状はオーバルと角型である。ともに変形が大きいので、あらかじめ予備実験によって、加工発熱を計測した。その結果、2パスを連続でおこなうと、80°C材料温度が上昇することがわかった。したがって、21、22パスの入り温度T<sub>22-in</sub>、T<sub>23-in</sub>を500°Cに設定した。20パス目の温度が536°Cであったから、500°Cまで材料温度が下がることをまって21パス目の圧延を行った。21パスの出温度は568°Cであった。また、22パスでは550°Cまで下がってから圧延を行い、出温度は599°Cであった。総圧延時間662s、平均出温度565°Cで、Z=13.6であった。

### 【0058】

得られた組織写真を図6に示す。超微細な等軸フェライト+セメンタイト組織となっている。平均フェライト粒径は1.1ミクロンであった。その力学的性質を表7に示すが、712 MPaの優れた引張強さを持った棒鋼が得られた。

### ＜実施例5＞

表2cに示す組成を有する80×80×600mmの素材を加熱温度600°Cに加熱し、圧延設定温度T<sub>1</sub>（600°C）で孔型圧延を行い、断面が17×17mmになるまで、減面率で95%（真ひずみ3.0）の21パスの圧延を行った。総圧延時間を300sかかるとしたときの設定Z値は13.1であった。図1からフェライト粒径は0.8ミクロンと予想される。

### 【0059】

偶数パス後の圧延直後温度（出温度）T<sub>x-out</sub>を測定し、出温度が600°Cを下回った場合は、直ちに次パスの圧延を行い、600°Cを越えた場合は、材料温度が600°C以下になるまで待って、次パス（奇数パス）の圧延を行った。奇数パスの入り温度は特に制御していない。その結果、入り温度T<sub>x-in</sub>は580-619°C（平均590°C）、出温度T<sub>x-out</sub>で610-648°C（平均630°C）で圧延が行われた。したがって、連続する2パスの圧延における最大加工発熱で40°Cあったものの、圧延待ちを行うことによって、圧延設定温度である600°Cに対し、全圧延工程で650°C上回ることはなかった。すなわち、各パスごとに加工発熱が生じるが、設定温度を50°Cを上回ることはない。総圧延800sと、平均出温度でZ値を再計算してみると、Z=12.2であった

。得られた組織は超微細な等軸フェライト+セメンタイト組織となっている。平均フェライト粒径は1.4ミクロンであった。その力学的性質を表7に示すが、640 MPaの優れた引張強さを持った棒鋼が得られた。

#### ＜実施例6＞

表2aに示す組成を有する80×80×600mmの素材を加熱温度500℃に加熱し、圧延設定温度T1(475℃)で孔型圧延を行い、断面が17×17mmになるまで、減面率で95%（真ひずみ3.0）の21パスの圧延を行った。

偶数パス後の圧延直後温度（出温度）Tx-outを測定し、出温度が475℃を下回った場合は、直ちに次パスの圧延を行い、500℃を越えないよう材料温度が475℃以下になるまで待って、次パス（奇数パス）の圧延を行った（表5）。奇数パスの入り温度は特に制御していない。その結果、入り温度Tx-inは440-485℃（平均465℃）、出温度Tx-outで472-499℃（平均496℃）で圧延が行われた。各パスごとに加工発熱が生じるが、設定温度を50℃を上回ることはない。総圧延1128sと、平均出温度でZ値を再計算してみると、Z=14.7であった。得られた組織は超微細な等軸フェライト+セメンタイト組織となっている。平均フェライト粒径は0.45ミクロンであった。引張強さ950 MPaであった。

#### 【0060】

#### 【表5】

バスNo.	減面率 (%)	総減面率 (%)	経ひずみ (%)	バス間時間 (s)	圧延待ち り温度Tx (°C)	温度Tx-0 (°C)	孔型 乙値
1	2.5	2.5	0.03	0	455	472	#1
2	2.5	2.5	0.03	27	472		#1
3				5		495	#2
4	21.5	23.4	0.27	50	待ち		#2
5				7		475	
6	21.6	39.9	0.51	130	待ち	499	#3
7				8		475	
8	18.4	51.0	0.71	90	待ち	470	#4
9				5		499	
10	20.3	60.9	0.94	116	待ち	475	#5
11				5		498	
12	19.0	68.4	1.15	100	待ち	475	#6
13	17.0	73.7	1.34	5		499	#7
14	18.6	78.6	1.54	70	待ち	475	#8
15	15.6	81.9	1.71	10		497	#9
16	16.9	85.0	1.90	91	待ち	470	#10
17	12.5	86.9	2.03	11		498	#11
18	6.8	87.8	2.10	85	待ち	470	#12
19	13.8	89.4	2.25	9		495	#13
20				41	待ち	480	#14
21	14.8	91.0	2.41	7		499	#14
22	38.0			125	待ち	440	#15
23	18.0	94.9	2.98	131	待ち	440	#16
						495	14.7

## 【0061】

## &lt;比較例1&gt;

表2に示す組成を有する  $80 \times 80 \times 600$  mmの素材を加熱温度  $550^{\circ}\text{C}$  に加熱し、圧延設定温度  $T_1$  ( $550^{\circ}\text{C}$ ) で孔型圧延を開始し、断面が  $24 \times 24$  mmになるまで、減面率で 91% (真ひずみ 2.4) の 21 パスの圧延を行った。パス間時間は 15 s とした。

## 【0062】

特に温度制御を行わず、圧延を行った結果を表6に示す。各パスごと生じる加工発熱が蓄積し、最終的な材料温度は  $800^{\circ}\text{C}$  以上にまであがった。最終出温度

でZ値を再計算してみると、Z=10.1であった。平均温度の場合は11.9である。得られた組織写真を図7に示す。フェライト+セメンタイト組織となっているものの、平均フェライト粒径は4ミクロンであった。平均温度から予想されるよりも、大きなフェライト粒径となっていた。

## 【0063】

【表6】

バスNo.	減面率 (%)	絶縁面率 (%)	絶縁面率 (%)	バス間時間 (s)	圧延待ち (s)	入り温度 (°C)	出温度 (°C)	孔型	Z値
1				0		550	552	#1	
2	2.5	2.5	0.03	10		549		#1	
3				10			574	#2	
4	21.5	23.4	0.27	10		571		#2	
5				10			594	#3	
6	21.6	39.9	0.51	10		591		#3	
7				10			619	#4	
8	18.4	51.0	0.71	10		616		#4	
9				10			639	#5	
10	20.3	60.9	0.94	10		636		#5	
11				10			664	#6	
12	19.0	68.4	1.15	10		661		#6	
13	17.0	73.7	1.34	10			684	#7	
14	18.6	78.6	1.54	10		681		#8	
15	15.6	81.9	1.71	10			709	#9	
16	16.9	85.0	1.90	10		706		#10	
17	12.5	86.9	2.03	10			729	#11	
18	6.8	87.8	2.10	10		726		#12	
19	13.8	89.4	2.25	10			754	#13	
20				10		761		#14	
21	14.8	91.0	2.41	10			774	#14	
22	38.0			10		771		#15	
23	18.0	94.9	2.98	10		809		#16	11.9

## 【0064】

【表7】

実施例	フェライト粒径(μm)	降伏強さ(MPa)	引張強さ(MPa)
1	0.6	775	788
2	0.5	825	830
3	0.9	683	702
4	1.1	705	712
5	1.4	600	640
6	0.45	940	950
比較例			
1	3.1	480	560

### 【0065】

#### 【発明の効果】

以上詳しく説明したとおり、この出願の発明によって、 $\bar{Z}$ パラメータによる制御を行う新しい方法を連続圧延プロセスに適用することができ、パス間時間やひずみ速度の制限もなく、3ミクロンから1ミクロン以下の超微細結晶鋼を安定的に製造できる方法として、加工発熱を考慮した、新しい制御圧延方法が提供される。

#### 【図面の簡単な説明】

##### 【図 1】

式(1)についての、パラメータ $\bar{Z}$ とフェライト平均粒径との関係を示した図である。

##### 【図 2】

各パスの溝ロールの孔型形状を例示した正面図とその寸法である。

##### 【図 3】

実施例1における組織のSEM像である。

##### 【図 4】

実施例2における組織のSEM像である。

##### 【図 5】

実施例3における組織のSEM像である。

##### 【図 6】

実施例4における組織のSEM像である。

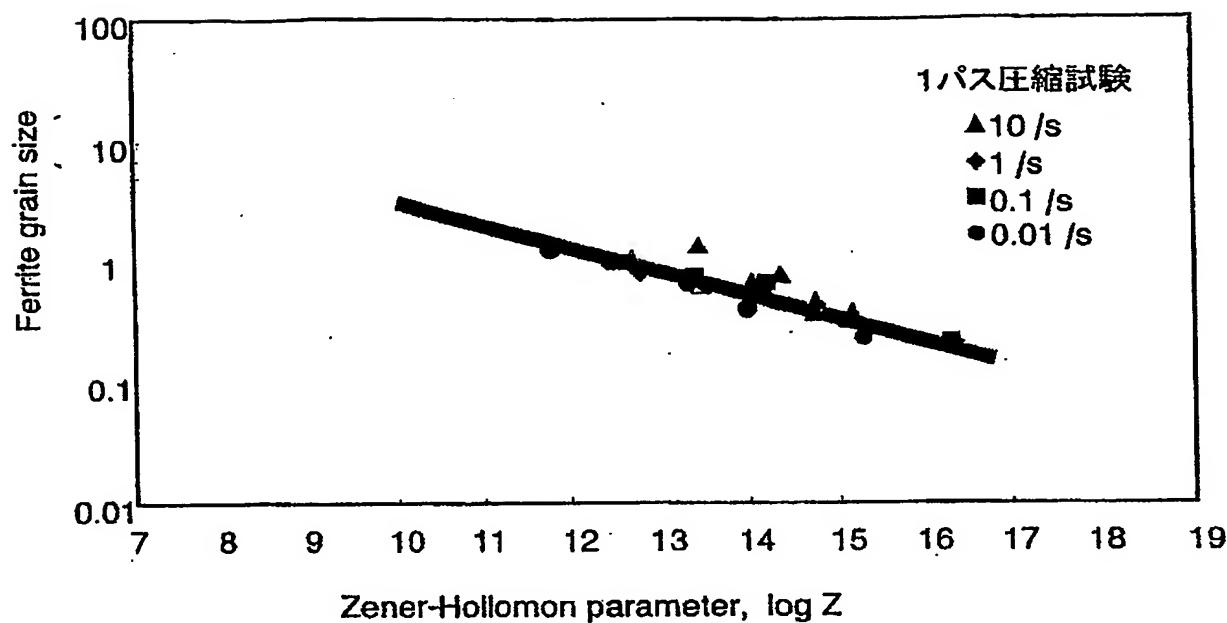
##### 【図 7】

比較例における組織のSEM像である。

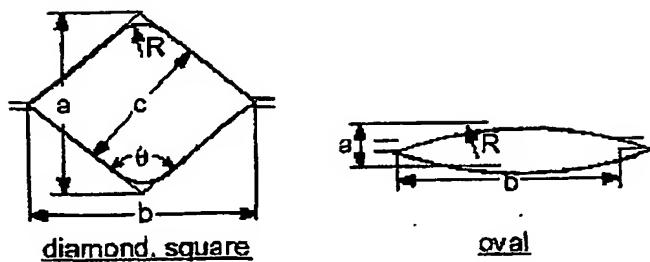
【書類名】

図面

【図1】

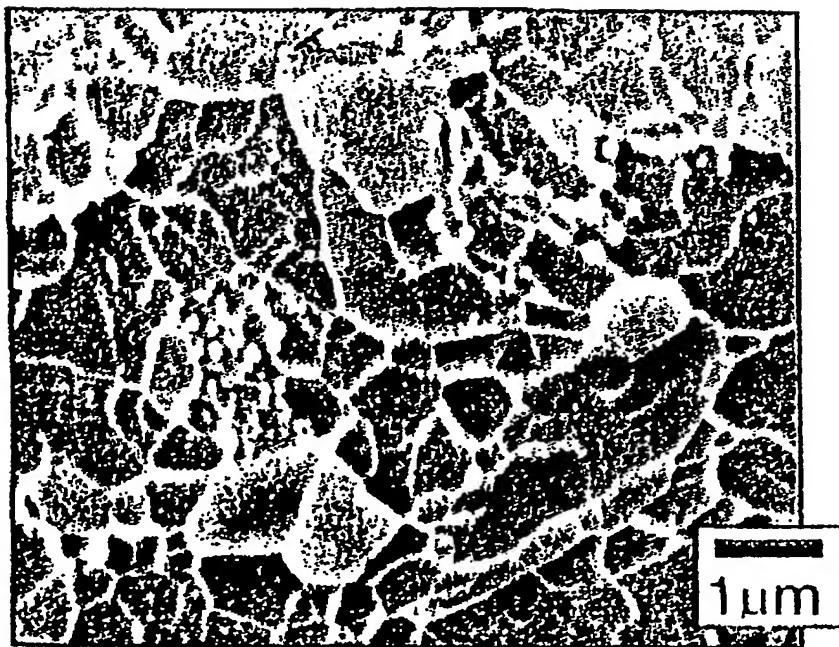


【図2】

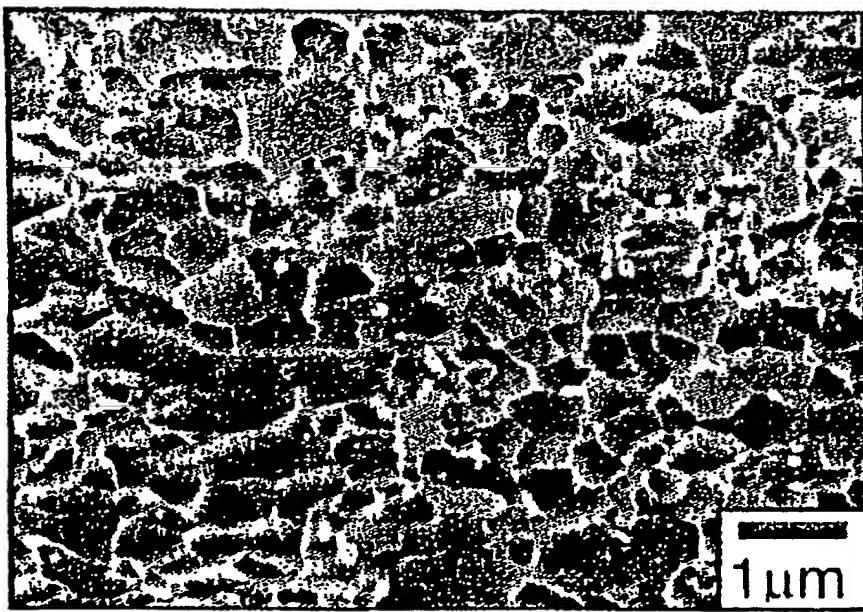


		a(mm)	b(mm)	c(mm)	$\theta$ (deg)	R(mm)
#1	diamond	103	123	79	100	18
#2	diamond	92	109	70	100	17
#3	diamond	81	97	62	100	16
#4	diamond	73	86	56	99	14
#5	diamond	65	76	50	99	12
#6	diamond	59	68	45	99	11
#7	diamond	54	62	41	98	11
#8	diamond	54	62	41	98	9.5
#9	diamond	50	56	37	97	8
#10	diamond	46	51	34	97	7
#11	diamond	42	47	31	96	6
#12	diamond	39	44	29	96	5.5
#13	diamond	38	40	28	94	5.5
#14	diamond	34	36	24	94	5.5
#15	oval	11	52	—	—	64
#16	square	24	24	17	90	2.5

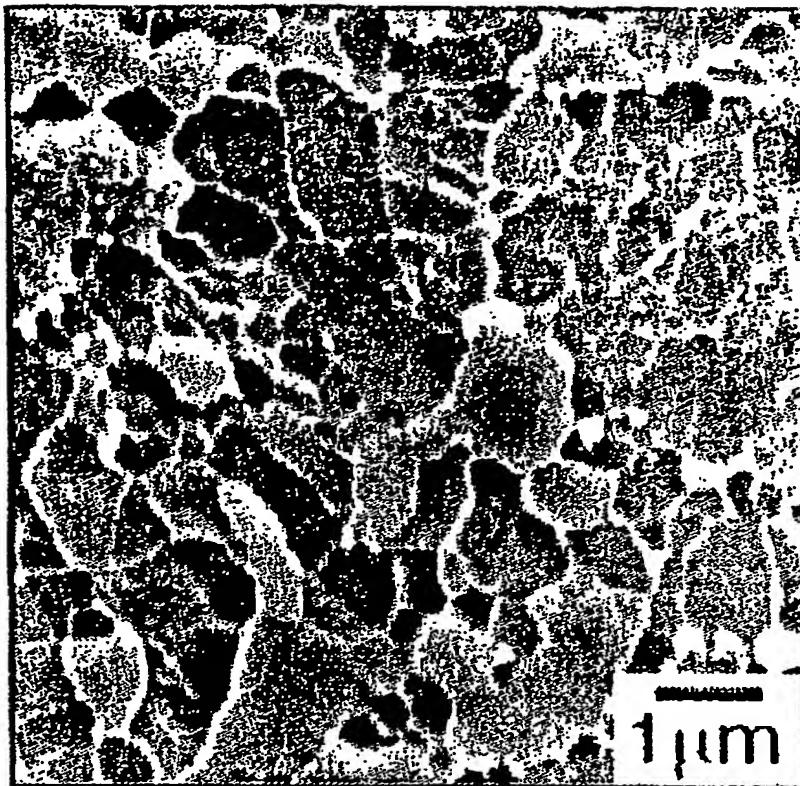
【図3】



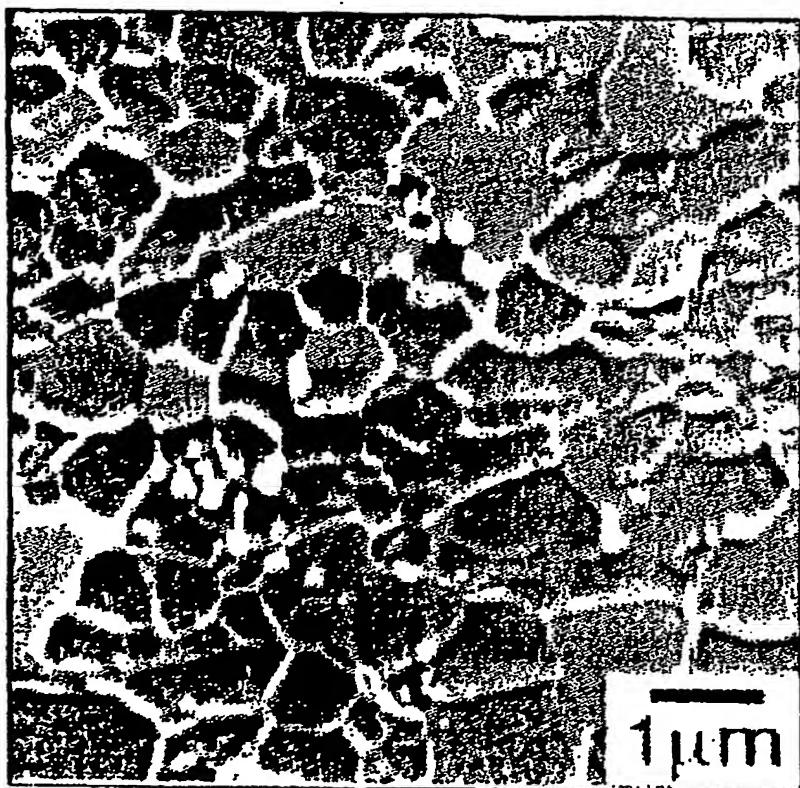
【図4】



【図5】



【図6】



【図7】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 パス間時間やひずみ速度の制限もなく、3ミクロンから1ミクロン以下の超微細結晶鋼を安定的に製造できる方法として、加工発熱を考慮した、新しい温間制御圧延方法を提供する。

【解決手段】 平均フェライト粒径が $3 \mu m$ 以下の微細フェライト粒組織を主体とする鋼を製造するための圧延方法であって、圧延温度範囲が $350^{\circ}C - 800^{\circ}C$ の温度域で、圧延を行う1パス以上の圧延において、各圧延時の圧延開始時の材料温度が、最高温度で $800^{\circ}C$ より高くならず、圧延中および最終パス直後の素材温度が $350^{\circ}C$ 以下にならないように圧延を行うとともに、各圧延時の圧延直後（1秒以内）の温度 $T_{x-out}$ が圧延入温度 $T_{x-in}$ よりも $100^{\circ}C$ より高くならず、圧延直後の素材が、圧延直前温度よりも $100^{\circ}C$ より低くならないように圧延を行う。

【選択図】 なし

## 職権訂正履歴（職権訂正）

特許出願の番号	特願2003-180292
受付番号	20300940104
書類名	特許願
担当官	笹川 友子 9482
作成日	平成15年 7月10日

## &lt;訂正内容1&gt;

訂正ドキュメント

明細書

訂正原因

職権による訂正

訂正メモ

【発明の詳細な説明】が明細書中に重複して記載されていましたので、職権により訂正しました。

訂正前内容

【0025】

【発明の詳細な説明】

この出願の発明は上記のとおりの特徴をもつものであるが、以下にその実施の形態について説明する。

訂正後内容

【0025】

この出願の発明は上記のとおりの特徴をもつものであるが、以下にその実施の形態について説明する。

特願 2003-180292

出願人履歴情報

識別番号 [301023238]

1. 変更年月日 2001年 4月 2日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 茨城県つくば市千現一丁目2番1号  
氏 名 独立行政法人物質・材料研究機構

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**